



TUGAS AKHIR - SK141501

**PENGARUH PENAMBAHAN ION Sb^{3+} DALAM ANALISIS
BESI DENGAN AGEN PENGOMPLEKS 1,10-
FENANTROLIN PADA pH 4,5 MENGGUNAKAN
METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

ANAK AGUNG NGURAH JANA KESAWA
NRP. 1409 100 011

Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarto K. S., MS

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



FINAL PROJECT - SK141501

THE EFFECT OF ADDITION OF Sb^{3+} ION IN IRON ANALYSIS WITH 1,10-PHENANTHROLINE COMPLEXING AGENT AT pH 4,5 USING UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY METHOD

ANAK AGUNG NGURAH JANA KESAWA
NRP. 1409 100 011

Advisor Lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarso K. S., MS

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH PENAMBAHAN ION Sb^{3+}
DALAM ANALISIS BESI DENGAN AGEN
PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN
PADA pH 4,5 MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

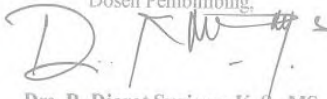
TUGAS AKHIR

Oleh:

ANAK AGUNG NGURAH JANA KESAWA
NRP. 1409100011

Surabaya, 10 Juni 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing,



Drs. R. Djarot Sugiarto K. S., MS
NIP. 19650419 198303 1 001

Mengetahui:
Ketua Jurusan Kimia,



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

PENGARUH PENAMBAHAN ION Sb^{3+} DALAM ANALISIS BESI DENGAN AGEN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN PADA pH 4,5 MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

Nama : A. A. Ngurah Jana Kesawa
NRP : 1409 100 011
Jurusan : Kimia
Dosen Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarso K. S., MS

Abstrak

Analisa pengaruh penambahan ion Sb^{3+} ke dalam kompleks Fe(II)-fenantrolin dalam pH 4,5 dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Metode diawali dengan pengukuran panjang gelombang maksimum yang diikuti dengan pembuatan kurva kalibrasi. Nilai panjang gelombang maksimum dicapai pada 508 nm, dan kurva kalibrasi diperoleh dengan persamaan garis $y = 0,1545x + 0,0051$ dengan $R^2 = 0,9962$. Pengaruh gangguan dari ion Sb^{3+} dilakukan dengan mengukur absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang ditambahkan ion Sb^{3+} . Absorbansi terukur digunakan untuk mendapatkan nilai persentase *recovery*. Didapatkan bahwa pada penambahan ion Sb^{3+} sebesar 0.05 ppm, analisis Fe(II)-fenantrolin mulai terganggu yang dibuktikan dengan didapatkannya persentase *recovery* sebesar 75,54%.

Kata kunci: Ion Sb^{3+} , Fe(II)-fenantrolin, persentase *recovery*, agen pengompleks, spektrofotometri UV-Vis

THE EFFECT OF ADDITION OF Sb^{3+} ION IN IRON ANALYSIS WITH 1,10-PHENANTHROLINE COMPLEXING AGENT AT pH 4,5 USING UV-Vis SPECTROPHOTOMETRY METHOD

Name : A. A. Ngurah Jana Kesawa
NRP : 1409 100 011
Department : Kimia
Advisor lecturer : Drs. R. Djarot Sugiarso K. S., MS

Abstract

Analysis of the addition of Sb^{3+} ion to Fe(II)-phenanthroline complexes in pH 4.5 is measured using UV-Vis spectrophotometry method. The method started with the measurement of maximum wavelength followed by calibration curve determination. Maximum wavelength is 508 nm, and the linear equation is $y = 0,1545x + 0,0051$ with R^2 value 0,9962 to use as calibration curve. To determine the extent of interference from Sb^{3+} ion, the Fe(II)-phenanthroline complex with Sb^{3+} ion added will have its absorbance measured. Measured absorbance used to determine recovery percentage value. It was concluded that at the addition of 0.05 ppm Sb^{3+} ion, it will start to interfere with the Fe(II)-phenanthroline analysis with recovery percentage as high as 75,54%.

Keywords: Sb^{3+} Ion, Fe(II)-phenanthroline, recovery percentage, complexing agent, UV-Vis spectrophotometry

DAFTAR ISI

| | |
|------------------------------------|------|
| LEMBAR PENGESAHAN | iv |
| ABSTRAK..... | vi |
| KATA PENGANTAR | viii |
| DAFTAR ISI..... | ix |
| DAFTAR GAMBAR | xii |
| DAFTAR TABEL..... | xiii |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xiv |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Permasalahan | 3 |
| 1.3 Batasan Masalah | 3 |
| 1.4 Tujuan | 3 |
| 1.5 Manfaat | 4 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Tinjauan Tentang Besi | 5 |
| 2.2 Agen Pengkompleks Besi | 6 |
| 2.3 Tinjauan Tentang Antimon | 8 |
| 2.4 Pengaruh Ion Pengganggu | 9 |
| 2.5 Senyawa Pereduksi | 10 |
| 2.6 Spektroskopi UV-Vis..... | 11 |
| 2.7 Metode Statistik | 13 |

| | |
|---|----|
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | 17 |
| 3.1 Alat dan Bahan..... | 17 |
| 3.1.1 Alat..... | 17 |
| 3.1.2 Bahan | 17 |
| 3.2 Prosedur Kerja | 17 |
| 3.2.1 Preparasi larutan standar Fe^{3+} 100 ppm | 17 |
| 3.2.2 Preparasi larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm..... | 17 |
| 3.2.3 Preparasi larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm..... | 17 |
| 3.2.4 Preparasi larutan Sb^{3+} 100 ppm..... | 18 |
| 3.2.5 Preparasi larutan buffer asetat pH 4,5 | 18 |
| 3.2.6 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)- fenantrolin | 18 |
| 3.2.7 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(II)-fenantrolin..... | 18 |
| 3.2.8 Pembuatan blanko | 19 |
| 3.2.9 Penentuan panjang gelombang maksimum Sb(III)- fenantrolin | 19 |
| 3.2.10 Pembuatan kurva kalibrasi Sb(III)-fenantrolin | 20 |
| 3.2.11 Penentuan pengaruh ion pengganggu Sb^{3+} | 20 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | 21 |
| 4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dari Kompleks Fe(II)-fenantrolin..... | 21 |
| 4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-fenantrolin | 24 |

| | |
|--|----|
| 4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dari Kompleks Sb(III)-fenantrolin dan Kurva Kalibrasinya | 25 |
| 4.4 Pengaruh Penambahan Ion Sb^{3+} terhadap Kompleks Fe(II)- fenantrolin pada pH 4,5 | 27 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | 31 |
| 5.1 Kesimpulan | 31 |
| 5.2 Saran | 31 |
| DAFTAR PUSTAKA | 33 |
| LAMPIRAN..... | 37 |
| BIODATA PENULIS | 57 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|--|----|
| Gambar 2.1 Struktur 1,10-fenantrolin..... | 7 |
| Gambar 2.2 Reaksi pembentukan ion ferroin, $[(C_{12}H_8N_2)Fe]^{2+}$ | 7 |
| Gambar 2.3 Diagram cara kerja spektrofotometer UV-Vis | 12 |
| Gambar 2.4 Spektrum dari radiasi elektromagnetik | 13 |
| Gambar 4.1 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin; rentang 480 ~ 550 nm | 22 |
| Gambar 4.2 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin; rentang 502 ~ 522 nm | 23 |
| Gambar 4.3 Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-fenantrolin | 24 |
| Gambar 4.4 Grafik panjang gelombang maksimum Sb(III)- fenantrolin | 26 |
| Gambar 4.5 Kurva kalibrasi kompleks Sb(III)-fenantrolin..... | 27 |
| Gambar 4.6 Grafik pengaruh penambahan ion Sb^{3+} | 29 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 4.1 Nilai absorbansi larutan kompleks setelah penambahan ion Sb^{3+} | 28 |
| Tabel 4.2 Data perhitungan $[\text{Fe}^{2+}]$ terukur, % <i>recovery</i> , RSD, & CV | 29 |
| Tabel C.1 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin rentang 480 ~ 550 nm | 47 |
| Tabel C.2 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin rentang 502 ~ 522 nm | 48 |
| Tabel C.3 Data absorbansi kompleks Sb(III)-fenantrolin rentang 480 ~ 550 nm | 49 |
| Tabel C.4 Data absorbansi kompleks Sb(III)-fenantrolin rentang 505 ~ 515 nm | 50 |
| Tabel C.5 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin untuk kurva kalibrasi | 50 |
| Tabel C.6 Data absorbansi kompleks Sb(III)-fenantrolin untuk kurva kalibrasi | 51 |
| Tabel C.7 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang ditambahkan ion Sb^{3+} | 51 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--|----|
| Lampiran A. 1 Skema Kerja Umum | 37 |
| Lampiran A.2 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} | 37 |
| Lampiran A.3 Pembuatan Larutan Standar Sb^{3+} | 38 |
| Lampiran A.4 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ | 38 |
| Lampiran A.5 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin | 38 |
| Lampiran A.6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat | 39 |
| Lampiran A.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)- fenantrolin | 39 |
| Lampiran A.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Sb(III)-fenantrolin | 40 |
| Lampiran A.9 Penentuan Kurva Kalibrasi Fe(II)-fenantrolin | 40 |
| Lampiran A.10 Penentuan Kurva Kalibrasi Sb(III)-fenantrolin | 41 |
| Lampiran A.11 Pembuatan dan Pengukuran Blanko | 42 |
| Lampiran A.12 Pengaruh Penambahan Ion Sb^{3+} | 42 |
| Lampiran B.1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} | 43 |
| Lampiran B.2 Pembuatan Larutan Standar Sb^{3+} | 43 |
| Lampiran B.3 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ | 44 |
| Lampiran B.4 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin | 44 |
| Lampiran B.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat | 45 |
| Lampiran C.1 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum | 47 |
| Lampiran C.2 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi | 50 |

| | |
|--|----|
| Lampiran C.3 Data Absorbansi Pengaruh Penambahan Ion Sb^{3+} | 51 |
| Lampiran D.1 Perhitungan Konsentrasi Terukur dan Persentase <i>Recovery</i> | 53 |
| Lampiran D.2 Perhitungan Nilai RSD dan CV | 54 |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Besi merupakan salah satu logam yang termasuk dalam logam transisi. Di kerak bumi, logam yang memiliki simbol Fe ini merupakan logam dengan kelimpahan yang tertinggi diantara logam berat yang lain, yaitu sebanyak 4,7% (Zumdahl, 1997). Dalam hal reaksi kimia, bilangan oksidasi +2 dan +3 merupakan keadaan oksidasi yang paling umum dijumpai dari besi. Oleh karena itu, untuk meneliti kadar besi pada suatu cuplikan digunakan metode yang dapat mendeteksi ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Kedua keadaan oksidasi tersebut juga dapat membentuk senyawa kompleks dengan agen-agen pengkompleks yang telah diteliti oleh peneliti lain, diantaranya Anggraeny (2005), Anwar (2009), Pritasari (2010), dan Dinararum (2013).

Senyawa koordinasi, dalam kimia anorganik, adalah senyawa yang memiliki atom logam atau ion logam sebagai atom pusatnya, yang dikelilingi oleh satu atau lebih ligan (yang dapat berupa atom, ion, atau molekul) yang berperan sebagai donor pasangan elektron terhadap logam (Miessler & Tarr, 2003). Senyawa kompleks biasanya terdiri dari ion kompleks, yang terbentuk dari ion logam transisi dengan ligan yang berikatan dengannya dan memiliki muatan sendiri, serta *counter ion*, yaitu ion yang memiliki muatan berlawanan dengan ion kompleks (Zumdahl, 1997).

Salah satu agen pengkompleks yang digunakan dengan besi sebagai pusatnya adalah 1,10-fenantrolin, untuk membentuk Fe(II)-fenantrolin. Senyawa ini dibuat dengan bantuan pereduksi hidroksilamin hidroklorida untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin bisa terjadi pada rentang pH 2 sampai dengan 9, namun pH optimum untuk pembentukan kompleks ini adalah 4,5 yang bisa dicapai dengan buffer asetat (Atmajadiningrum, 2014). Pereduksi hidroksilamin hidroklorida ini memiliki beberapa kelemahan, salah satunya

adalah sifatnya yang sangat higroskopik sehingga dibutuhkan perlakuan khusus . Karena hal ini, dicarilah pereduksi lain untuk menggantikan peran hidroksilamin hidroklorida, misalnya natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), yang lebih mudah didapat dan memberikan hasil cukup memuaskan saat mereduksi besi dari tingkat oksidasi +3 menjadi +2.

Analisis kadar besi dengan menggunakan pengompleks fenantrolin dapat diganggu oleh keberadaan beberapa ion logam dalam cuplikan. Akibatnya terjadi penurunan nilai absorbansi dari cuplikan dan menurunnya persen *recovery* dari senyawa yang dianalisis (Dianawati, 2013). Beberapa penelitian sebelumnya melaporkan bahwa logam-logam pengganggu tersebut membutuhkan konsentrasi yang berbeda-beda untuk dapat mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin melalui spektrofotometri UV-Vis. Seperti yang dilaporkan Anggraeny (2005), ion Cu^{2+} yang ditambahkan ke dalam larutan mulai mengganggu analisis pada konsentrasi 0,9 ppm dengan pH optimum sebesar 4,5. Ion Co^{2+} dilaporkan mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm dan memberikan *recovery* sebesar 94,11% (Anwar, 2009). Pritasari (2010) melaporkan bahwa Ion Mn^{2+} dalam konsentrasi 0,06 ppm akan mulai mengganggu analisis pada pH optimum, dengan *recovery* 88,46%. Ion Cr^{2+} , seperti yang dikemukakan oleh Dinararum (2013), akan mengganggu analisis pada konsentrasi 0,08 ppm dengan *recovery* sebesar 94,34%.

Selain ion-ion logam dari golongan transisi, ion-ion golongan alkali juga dapat mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin ini, karena menurut Basset, dkk. (1991), ion-ion golongan alkali ini dapat membentuk kompleks dengan agen pengompleks namun tidak begitu stabil, sehingga bisa dimanfaatkan sebagai ion pengganggu. Salah satunya adalah logam kalium, yang biasanya digunakan sebagai pengompleks dalam bentuk KSCN, kemudian direaksikan dengan Fe^{3+} untuk membentuk $\text{Fe}(\text{SCN})_3$. Kalium dapat mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin karena kalium mudah bereaksi dengan 1,10-fenantrolin untuk membentuk kompleks, dan daya desak kalium lebih besar dibandingkan

dengan besi bila deret Volta dijadikan acuan (Atmajadiningrum, 2014). Atmajadiningrum juga mendapatkan bahwa ion K^+ akan mengganggu proses analisis pada konsentrasi 0,05 ppm dengan tingkat *recovery* 91,32%.

Berdasarkan hasil beberapa penelitian tersebut di atas, bisa didapatkan suatu kesamaan, yaitu ion-ion yang dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin berpotensi mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin.

Pemilihan ion antimon dilakukan karena ion antimon memiliki kesamaan dengan ion-ion logam transisi, yaitu memiliki bilangan oksidasi positif yang lebih dari satu, yaitu bilangan oksidasi +3 dan +5, sehingga diperkirakan ion Sb^{3+} dapat bereaksi membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin yang berakibat terganggunya proses pengukuran besi dalam cuplikan yang akan dianalisis.

Hal ini mendorong dilakukannya penelitian tentang pengaruh penambahan ion Sb^{3+} dalam analisis senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin dengan metode spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui seberapa banyak konsentrasi ion Sb^{3+} yang mulai mengganggu proses analisis, dengan pH optimum sebesar 4.5.

1.2 Permasalahan

Permasalahan yang dihadapi berkaitan dengan apakah adanya ion Sb^{3+} yang mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin dengan metode spektrofotometri UV-Vis dalam cuplikan, dan pada konsentrasi berapa ion Sb^{3+} mulai mengganggu.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah penambahan ion Sb^{3+} dengan konsentrasi tertentu pada kompleks Fe(II)-fenantrolin kemudian ditentukan persentase *recovery* dari Fe yang terukur.

1.4 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi dari ion Sb^{3+} yang mulai mengganggu proses analisis Fe(II)-

fenantrolin dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Selain itu, penelitian ini juga bertujuan untuk mengetahui kemampuan metode analisis Fe(II) fenantrolin dengan spektrofotometri UV-Vis.

1.5 Manfaat

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini berupa informasi mengenai kemampuan dari metode analisis Fe(II)-fenantrolin dengan spektrofotometri UV-Vis bila terdapat gangguan dari ion Sb^{3+} dalam cuplikan yang diuji.

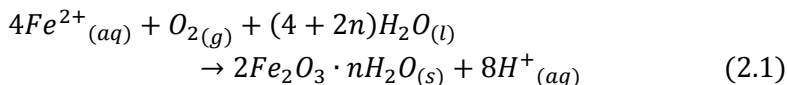
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Tentang Besi

Logam ini memiliki kelimpahan tertinggi dibandingkan logam berat lain di kerak bumi, yaitu 4,7% (Zumdahl, 1997). Besi juga merupakan logam kedua terbanyak di kerak bumi setelah aluminium, sekaligus unsur keempat terbanyak. Besi terdapat di kerak bumi dalam bentuk oksidanya, misalnya *hematite* (Fe_2O_3) dan *magnetite* (Fe_3O_4), dan juga dalam bentuk FeS, besi pyrite (Chambers, 1975).

Besi adalah salah satu anggota *d-block* dari tabel periodik, yaitu blok dimana logam-logam yang termasuk dalam blok tersebut memiliki pasangan elektron di orbital d; besi sendiri termasuk dalam seri 3d dalam blok ini, yang juga meliputi logam-logam lain yang berada pada periode 4 tabel periodik (Atkins dkk, 2010). Logam dengan nama latin *ferrum* ini memiliki nomor atom 26 dan stabil dalam keadaan oksidasi +2 dan +3. Logam ini berwarna putih, mengkilat, tidak terlalu keras namun sangat reaktif terhadap agen pengoksidasi (Zumdahl, 1997).

Besi banyak digunakan sebagai logam utama dalam pembentukan berbagai infrastruktur, dan oleh karenanya proses korosi oleh udara dan uap air tidak dapat terhindarkan. Proses korosi besi mengikuti reaksi sebagai berikut:



Proses ini dapat diatasi dengan cara melapisi besi dengan logam yang memiliki potensial reduksi lebih rendah dibanding besi, misalkan seng (Zn), untuk bertindak sebagai *sacrificial coating*, atau menggunakan logam yang membentuk lapisan oksida untuk melindungi dirinya sendiri, seperti krom (Cr) dan timah (Sn). Selain itu dapat digunakan cara proteksi katoda, yaitu menggunakan logam yang potensial reduksinya lebih rendah

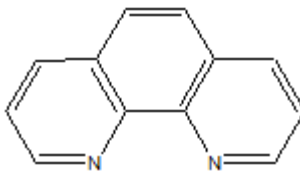
dibanding besi dan menghubungkan logam tersebut dengan besi melalui tali atau kawat (Zumdahl, 1997).

2.2 Agen Pengompleks Besi

Agen pengompleks merupakan salah satu reagen yang dibutuhkan dalam proses penentuan kadar besi pada suatu sampel melalui pembentukan senyawa kompleks. Reagen yang bisa digunakan untuk menentukan kadar besi dengan kolorimetri cukup banyak, namun diantara reagen itu, sedikit yang bisa digunakan untuk menentukan kadar besi yang jumlahnya sedikit dalam suatu campuran (Sandell, 1944).

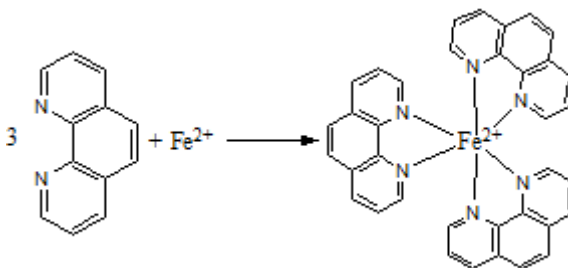
Menurut Sandell, ion ferrous (Fe^{2+}) lebih cocok digunakan untuk analisis besi karena ion ferric (Fe^{3+}) memiliki kemungkinan untuk bereaksi membentuk kompleks yang stabil dengan ion-ion seperti fluorida dan pirofosfat bila ion tersebut terdapat dalam jumlah yang tidak sedikit. Di sisi lain, ion ferrous tidak membentuk kompleks dengan ion-ion tersebut; walaupun terbentuk, kompleksnya lebih tidak stabil dibandingkan kompleks dari ion ferric.

Salah satu reagen umum yang dipakai untuk metode kolorimetri ini adalah 1,10-fenantrolin, atau dikenal dengan nama *ortho*-fenantrolin, dengan rumus molekul $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ dan struktur seperti pada Gambar 2.1. Reagen ini bereaksi dengan ion ferrous, namun perlu diperhatikan bila dalam sampel terdapat ion kobalt, nikel, dan tembaga, karena reagen ini juga dapat bereaksi dengan ion-ion tersebut, menghasilkan efek gangguan (Sandell, 1944). Reagen ini umum digunakan bila tidak dibutuhkan tingkat kesensitifan yang tinggi, karena harganya yang lebih murah dibanding reagen derivatif dan/atau alternatif lainnya, namun memiliki performa yang tidak kalah baik (Schilt, 1969). Warna yang dihasilkan juga stabil dan bertahan cukup lama asalkan kondisi larutan memenuhi syarat.



Gambar 2.1: Struktur 1,10-fenantrolin (Harvey, 2000)

Gambar 2.2 menunjukkan reaksi antara besi dan fenantrolin untuk membentuk kompleks berwarna merah-oranye $[(C_{12}H_8N_2)Fe]^{2+}$ yang dinamakan ion *ferroin*, dan terbentuk dalam rentang pH 2 sampai 9. Bila kompleks dibuat dalam kondisi pH dibawah 2, maka warna akan terbentuk lebih lambat dan warnanya lebih lemah (Sandell, 1944). Selain itu, dalam larutan dengan kondisi ekstrim, beberapa gangguan akan terjadi pada pembentukan kompleks; kondisi basa kuat akan didapatkan kompetisi antara ion hidroksida dan fenantrolin untuk pembentukan koordinasi dengan besi, sementara pada kondisi asam kuat, ion ferrous dan ion hidrogen yang berkompetisi (Schilt, 1969).



Gambar 2.2: Reaksi pembentukan ion ferroin, $[(C_{12}H_8N_2)Fe]^{2+}$ (Day dan Underwood, 1999)

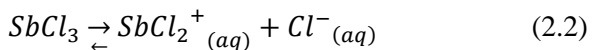
Keuntungan lain dari penggunaan fenantrolin pada uji analisis besi ini adalah proses bisa dilakukan pada kondisi sedikit asam sehingga endapan hidroksida atau fosfat dari berbagai logam bisa dihindari (Sandell, 1944).

2.3 Tinjauan Tentang Antimon

Antimon adalah logam berwarna putih keperakan yang tingkat kekerasannya sedang, namun mudah untuk dihancurkan. Di kulit bumi, terdapat sedikit antimon yang nantinya ditambang dan dijadikan bentuk oksidanya atau dijadikan logam antimon. Logam antimon sendiri harus dijadikan campuran dengan logam lain karena kemudahannya untuk dihancurkan. Antimon dicampur dengan seng dan timbal untuk membentuk *alloy* yang akan meningkatkan kekuatan antimon tersebut, dan *alloy* tersebut digunakan untuk solder, amunisi, dan cetakan pembentuk logam (*mold*) (U.S. Department, 1992).

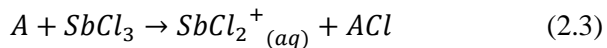
Antimon merupakan unsur keempat dalam grup 5A pada tabel periodik. Unsur ini memiliki empat keadaan oksidasi; Sb^{3-} , Sb , Sb^{3+} , dan Sb^{5+} , dengan Sb^{3+} merupakan keadaan yang paling stabil dan paling umum dijumpai. Antimon juga termasuk salah satu unsur yang termasuk dalam unsur-unsur metaloid, yakni unsur yang memiliki sifat logam dan nonlogam sekaligus (U.S. Department, 1992).

$SbCl_3$, salah satu garam dari antimon dengan valensi tiga, dapat berdisosiasi menurut reaksi berikut:

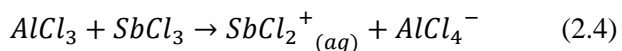


Reaksi di atas lebih berpihak kepada $SbCl_3$ sehingga produk ion yang terbentuk tidak dapat ditentukan secara seksama.

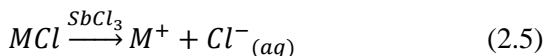
Bila direaksikan dengan sebuah akseptor Cl^- maka kelebihan $SbCl_3$ akan menjadi $SbCl_2^+$.



Bila A merupakan $AlCl_3$, maka reaksi di atas akan menjadi:



Namun, bila direaksikan dengan donor Cl^- maka kelebihan SbCl_3 akan mengikuti reaksi berikut:



(*aq*) menandakan bahwa ion tersebut berikatan koordinasi dengan pelarut, yang dalam reaksi-reaksi di atas merupakan SbCl_3 (Mamantov dkk, 1986; 395-396).

2.4 Pengaruh Ion Pengganggu

Ion-ion lain yang ada di dalam larutan saat pembentukan kompleks dapat mengganggu pembentukan kompleks Fe(II) -fenantrolin pada keadaan tertentu. Umumnya, tiga tipe gangguan dapat dijumpai pada proses ini:

1. pembentukan warna oleh ion selain besi dengan fenantrolin;
2. konsumsi fenantrolin oleh ion selain besi;
3. kompleksasi besi oleh agen selain fenantrolin.

Jumlah substansi pengganggu dapat ditoleransi bergantung pH larutan, jumlah fenantrolin yang ditambahkan, dan tipe dan konsentrasi reagen penopeng (*masking reagent*) bila digunakan (Schilt, 1969).

Ion-ion pengganggu akan mulai mengganggu pada keadaan tertentu. Sandell (1944) mengungkapkan bahwa selain ion-ion yang memberi warna, beberapa ion lain juga mengganggu proses kompleksasi besi dengan 1,10-fenantrolin berdasarkan kondisi pH larutan dan konsentrasi ion-ion pengganggu dalam larutan. Beberapa ion pengganggu dan batasan dimana ion itu masih tidak mengganggu proses analisis Fe(II) fenantrolin:

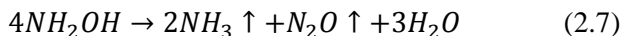
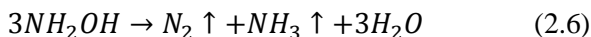
1. Untuk besi dengan konsentrasi 2 ppm, maksimum 50 ppm Cd, 1 ppm Hg, dan 10 ppm Zn;
2. Hg^+ maksimum 10 ppm dalam pH 3-9;
3. Berilium (Be) tidak mengganggu pada 50 ppm asalkan pH berada pada rentang 3,0 – 5,5.

4. Tembaga (Cu) tidak boleh melebihi 10 ppm, dan bila ion ini ada, pH harus berada pada rentang 2,5 – 4,0.
5. Kobalt (Co) memberi warna kuning, konsentrasi kobalt tidak boleh melebihi 10 ppm pada rentang pH 3,0 – 5,0.

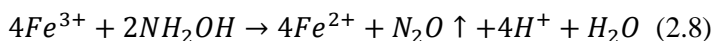
Beberapa penelitian sebelumnya telah dilakukan mengenai pengaruh ion pengganggu yang dapat mengganggu proses analisis Fe(II)-fenantrolin. Anggraeny (2005) menguji pengaruh ion Cu^{2+} sebagai ion pengganggu (mulai mengganggu pada konsentrasi 0,9 ppm), Anwar (2009) menguji ion Co^{2+} (0,2 ppm), ion Mn^{2+} oleh Pritasari (2010) mulai mengganggu pada 0,06 ppm, dan ion Cr^{3+} pada 0,08 ppm oleh Dinararum (2013). Selain itu, ion alkali sebagai pengganggu juga dilakukan oleh Atmajadiningrum (2014), dengan ion K^+ sebagai subjeknya dan ditemukan nilai konsentrasi sebesar 0,05 ppm sebagai konsentrasi dimana ion K^+ mulai mengganggu analisis.

2.5 Senyawa Pereduksi

Hidroksilamin merupakan senyawa yang bisa digunakan sebagai pereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} yang nantinya akan membentuk kompleks yang dapat dianalisis. Senyawa ini merupakan amonia yang salah satu atom H-nya disubstitusi oleh gugus hidroksil. Kristal tak berwarna dari hidroksilamin bersifat higroskopis dengan titik leleh 34°C , tidak stabil dan dapat terdekomposisi dalam temperatur ruangan. Namun sifatnya lebih stabil bila hidroksilamin berada dalam wujud larutannya.



Dalam larutan asam, hidroksilamin akan mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} .



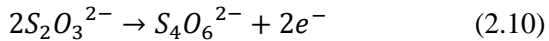
Hidroksilamin juga merupakan senyawa yang reaktif, dan bereaksi dengan klor atau natrium dan menghasilkan nyala api (De, 2003).

Natrium tiosulfat merupakan pereduksi lain yang dapat digunakan untuk mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} . Natrium tiosulfat disiapkan dari campuran larutan natrium bisulfit dan natrium hidrogen sulfida yang dibiarkan mengkristal.



Garam natrium tiosulfat akan mengkristal sebagai $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Garam tiosulfat yang terbaik merupakan garam dengan logam alkali, yang membuatnya mudah larut dalam air.

Tiosulfat bertindak sebagai agen pereduksi dengan mengikuti reaksi berikut:



Kekuatan tiosulfat untuk mereduksi sebuah logam adalah sedang (De, 2003).

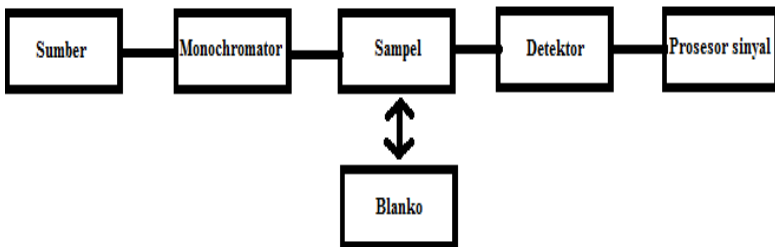
2.6 Spektrofotometri UV-Vis

Spektroskopi merupakan suatu metode untuk menentukan konsentrasi suatu unsur dalam larutan dengan bantuan radiasi elektromagnetik (spektroskopi foton) maupun partikel yang dienergisasi (spektroskopi partikel). Radiasi elektromagnetik, atau cahaya, yang dimaksud adalah cahaya ultraviolet, cahaya terlihat (visible), dan infra merah. Cahaya sendiri merupakan bentuk energi yang sifatnya meliputi sifat partikel dan gelombang (Harvey, 2000).

Spektrofotometri UV-Vis menggunakan prinsip absorpsi (serapan) dari radiasi elektromagnetik ultra violet (UV) dan sinar tampak (visible light). Instrumen spektrofotometer yang digunakan memiliki alat bernama monochromator, suatu alat

optik yang men-transmitkan panjang gelombang tertentu yang dipilih dari suatu rentang panjang gelombang yang dimasukkan.

Gambar 2.3 adalah diagram blok untuk cara kerja spektrofotometer UV-Vis *single-beam* (cahaya tunggal) secara umum.



Gambar 2.3: Diagram cara kerja Spektrofotometer UV-Vis (Harvey, 2000)

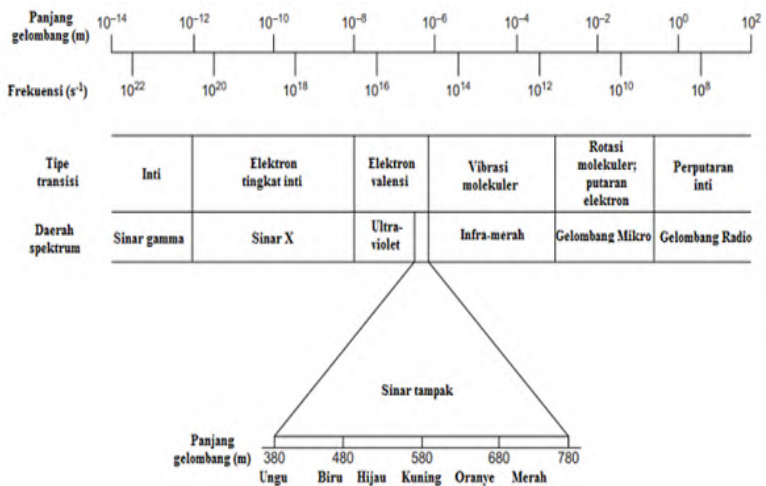
Penggunaan spektrofotometer *single-beam* kurang praktis karena blanko dan sampel harus dimasukkan bergantian untuk diukur dan dikalibrasi ulang setiap kali pengukuran dilakukan, sehingga menambah waktu kerja. Spektrofotometer UV-Vis *double beam* mengurangi dampak dari masalah ini dengan memasang mekanisme yang diletakkan setelah monochromator, dimana mekanisme ini akan berotasi sehingga radiasi elektromagnetik akan menyinari sampel dan blanko secara bergantian dengan bantuan cermin. Hal ini membuat spektrofotometer *double beam* lebih diinginkan, namun harganya juga lebih mahal.

Proses spektroskopi mengikuti hukum Lambert-Beer, yang memiliki persamaan sebagai berikut:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c \quad (2.11)$$

dimana A merupakan absorbansi dari sampel, c merupakan kecepatan cahaya, b merupakan lebar kuvet tempat sampel, dan ϵ merupakan molar absorptivitas yang memiliki satuan $\text{cm}^{-1} \text{M}^{-1}$.

Gambar 2.4 memperlihatkan spektrum dari radiasi elektromagnetik yang digunakan pada metode spektrofotometri. Spektrofotometer UV-Vis menggunakan sinar UV dan sinar tampak (visible light) yang memiliki panjang gelombang yang spesifik, beserta frekuensi yang dimilikinya.



Gambar 2.4: Spektrum dari radiasi elektromagnetik (Harvey, 2000)

2.7 Metode Statistik

Metode statistik digunakan untuk mengetahui apakah penelitian yang dilakukan sudah memenuhi hipotesis yang diajukan atau belum.

Nilai rata-rata atau *mean* merupakan nilai yang diperoleh dari penjumlahan semua nilai data yang dibagi dengan jumlah data. Nilai ini dapat dipakai untuk mencari standar deviasi, yaitu nilai yang digunakan untuk mengkuantifikasi varian dari suatu nilai data.

$$\text{Mean dari } n \text{ data} = \bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad (2.12)$$

$$\text{Standar deviasi dari } n \text{ data} = s = \sqrt{\sum_i \frac{(x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (2.13)$$

Nilai standar deviasi menjadi basis untuk mencari nilai varian (variance) dan nilai *coefficient of variance* (CV), yaitu nilai perbandingan antara varian dengan nilai mean. Bila nilai ini dibuat dalam skala persen, maka nilai ini disebut *relative standard deviation* (RSD). Varian, CV dan RSD dirumuskan dengan:

$$\text{Variance} = s^2 \quad (2.14)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \quad (2.15)$$

$$RSD = CV \times 100\% \quad (2.16)$$

Nilai CV atau RSD adalah contoh dari kesalahan relatif (*relative error*), yaitu perkiraan kesalahan yang dibagi dengan perkiraan nilai absolut dari jumlah pengukuran. Kesalahan relatif sering digunakan pada perbedaan ketepatan hasil yang memiliki satuan atau tingkat (magnitude) yang berbeda, dan merupakan nilai yang penting dalam propagasi kesalahan (Miller dkk., 2005).

Recovery merupakan fraksi dari analit atau interferen yang tersisa setelah proses separasi/pemisahan dilakukan. Efisiensi dari proses pemisahan ditentukan dari kegagalan untuk mendapatkan semua analit kembali dan kegagalan untuk menghilangkan semua interferen. Untuk hal ini, *recovery* dari analit, R_A , ditentukan sebagai:

$$R_A = \frac{C_A}{(C_A)_o} \quad (2.17)$$

dimana C_A adalah konsentrasi analit yang tersisa setelah proses pemisahan dilakukan, sementara $(C_A)_O$ adalah konsentrasi analit awal. Nilai *recovery* 1,00 berarti tidak ada analit yang hilang ketika proses separasi dilakukan. *Recovery* dari interferen, R_I , ditentukan dengan cara yang sama:

$$R_I = \frac{C_I}{(C_I)_O} \quad (2.18)$$

Dimana C_I adalah konsentrasi interferen yang tersisa setelah proses pemisahan, $(C_I)_O$ adalah konsentrasi interferen awal. Nilai R_A dan R_I bisa digunakan untuk mencari faktor pemisahan $S_{I,A}$, yaitu perubahan ratio interferen terhadap analit saat proses pemisahan.

$$S_{I,A} = \frac{R_I}{R_A} \quad (2.19)$$

Nilai R_I dan R_A dapat dikali dengan 100% untuk mendapatkan nilai *recovery* dalam persentase (Harvey, 2000).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker, labu ukur 10 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, kuvet, neraca analitik, pH meter, dan spektrofotometer UV-Vis.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini meliputi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,10-fenantrolin (orto-fenantrolin), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, aseton, CH_3COONa , aqua DM, dan SbCl_3 .

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Preparasi larutan standar Fe^{3+} 100 ppm

Larutan Fe^{3+} dibuat dengan melarutkan padatan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0484 gram ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

3.2.2 Preparasi larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dibuat dengan cara melarutkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0157 gram ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

3.2.3 Preparasi larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin dibuat dengan cara melarutkan 0,1033 gram padatan 1,10-fenantrolin ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Kemudian dipanaskan dengan suhu 70°C dan diaduk. Setelah dipanaskan, larutan yang telah dibuat dimasukkan ke dalam labu ukur yang berisi aqua DM secukupnya dan diencerkan sampai tanda batas.

3.2.4 Preparasi larutan Sb^{3+} 100 ppm

Larutan Sn^{2+} 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,0187 gram SbCl_3 ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM, kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

3.2.5 Preparasi larutan buffer asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat dengan pH 4,5 dibuat dengan melarutkan garam CH_3COONa sebanyak 3,855 gram ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM, kemudian ditambahkan CH_3COOH (asam asetat) glasial sebanyak 5 mL (K_a asam asetat glasial = $1,75 \times 10^{-5}$). Larutan yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

3.2.6 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin

Larutan standar Fe^{3+} 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1,1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm sebagai agen pereduksi, lalu ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, dan ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Campuran yang terbentuk ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan hingga tanda batas labu ukur 10 mL. Campuran dikocok dan didiamkan selama 30 menit.

Campuran diambil secukupnya untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis, dalam rentang panjang gelombang 480 nm sampai dengan 550 nm, dengan interval 5 nm. Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan 3 kali (triplo). Panjang gelombang maksimum ditentukan dari perolehan absorbansi maksimum.

3.2.7 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(II)-fenantrolin

Larutan Fe^{3+} 100 ppm dimasukkan ke dalam 5 labu ukur 10 mL dengan 5 variasi berbeda, yaitu 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL. Ke dalam masing-masing labu ukur

ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, kemudian diberi 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, diikuti penambahan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 mL, lalu ditambahkan 5 mL aseton, dan terakhir, diencerkan masing-masing campuran dengan aqua DM hingga mencapai tanda batas.

Campuran yang terbentuk dikocok dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian masing-masing diambil secukupnya untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan pada prosedur sebelumnya. Prosedur ini diulangi 3 kali untuk masing-masing campuran, dan data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk membuat kurva kalibrasi antara absorbansi (y axis) dan konsentrasi (x axis).

3.2.8 Pembuatan blanko

Larutan blanko dibuat dengan cara mencampurkan 1,1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan larutan fenantrolin 100 ppm sebanyak 1,5 mL, lalu larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 mL, dan yang terakhir 5 mL aseton. Campuran kemudian ditambahkan aqua DM sampai tanda batas pada labu ukur tercapai.

3.2.9 Penentuan panjang gelombang maksimum dari Sb(III)-fenantrolin

Larutan standar Sb^{3+} 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, dan ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Campuran yang terbentuk ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan hingga tanda batas labu ukur 10 mL. Campuran dikocok dan didiamkan selama 30 menit.

Campuran diambil secukupnya untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis, dalam rentang panjang gelombang 480 nm sampai dengan 550 nm, dengan interval 5 nm.

3.2.10 Pembuatan kurva kalibrasi Sb(III)-fenantrolin

Larutan Sb^{3+} 100 ppm dimasukkan ke dalam 5 labu ukur 10 mL dengan 5 variasi berbeda, yaitu 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL. Ke dalam masing-masing labu ukur ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, diikuti penambahan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 mL, lalu ditambahkan 5 mL aseton, dan terakhir, diencerkan masing-masing campuran dengan aqua DM hingga mencapai tanda batas. Campuran yang terbentuk dikocok dan didiamkan selama 30 menit.

Masing-masing campuran diambil secukupnya untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan pada prosedur sebelumnya.

3.2.11 Penentuan pengaruh ion pengganggu Sb^{3+}

Larutan Fe^{3+} 100 ppm dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 10 mL dengan volume 0,2 mL. Ke dalam masing-masing labu ditambahkan 1,1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, lalu ditambahkan larutan Sb^{3+} dengan beberapa variasi volume. Kemudian, campuran ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, diikuti dengan penambahan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, 5 mL aseton, dan aqua DM ke dalam masing-masing labu ukur sampai tanda batas labu ukur.

Campuran yang diperoleh dikocok dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian masing-masing diambil secukupnya, sebagai sampel untuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Prosedur ini diulangi 3 kali untuk masing-masing sampel. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk membuat kurva (x axis = konsentrasi; y axis = absorbansi).

Variasi volume larutan Sb^{3+} yang ditambahkan adalah 0,00 mL; 0,01 mL; 0,02 mL; 0,03 mL; 0,04 mL; 0,05 mL; 0,06 mL.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

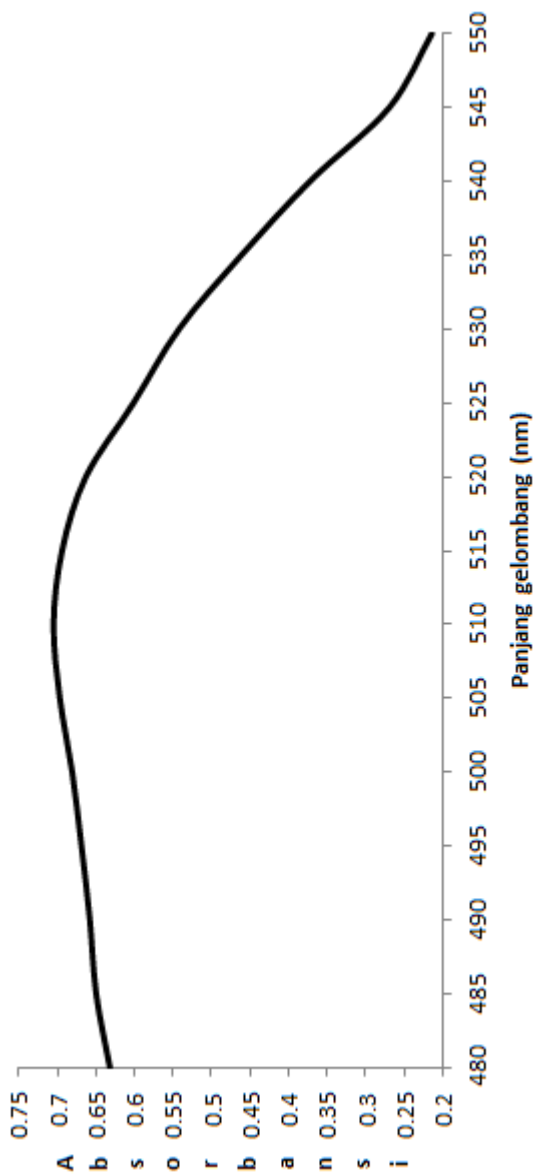
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dari Kompleks Fe(II)-fenantrolin

Penentuan panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-fenantrolin merupakan pengukuran awal yang dilakukan dalam penelitian ini. Panjang gelombang maksimum ditentukan dari absorbansi maksimum dari kompleks pada rentang panjang gelombang tertentu, dan akan digunakan untuk pengukuran-pengukuran selanjutnya. Pengukuran dilakukan dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis.

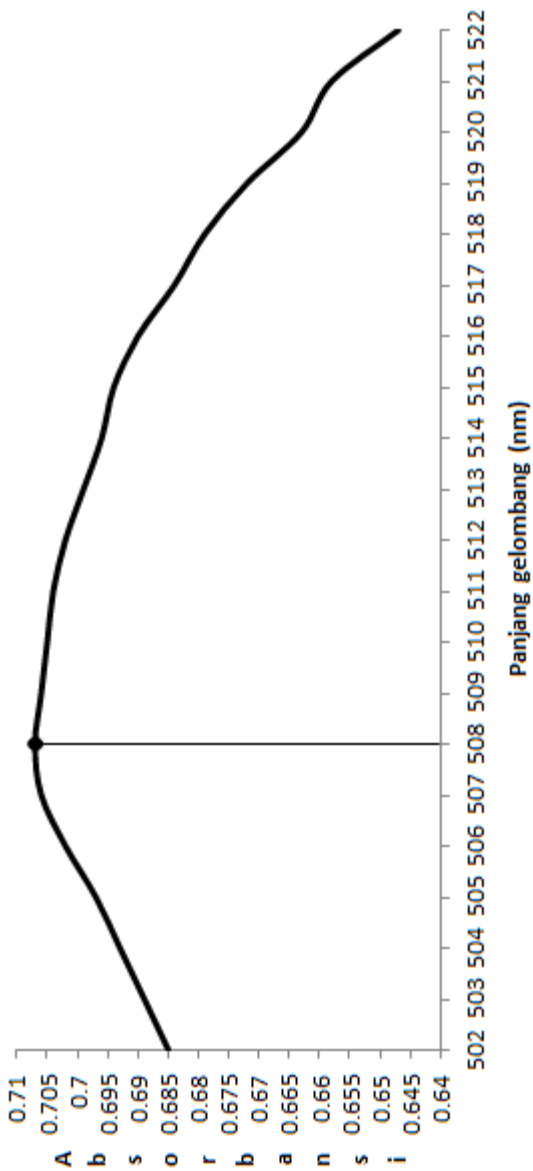
Panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran memiliki rentang 480 nm hingga 550 nm, dengan interval 5 nm. Pada pengukuran ini, teramati panjang gelombang maksimum terdapat pada panjang gelombang 510 nm. Namun, karena interval 5 nm dirasa masih cukup besar, dilakukan lagi pengukuran panjang gelombang, kali ini dengan rentang 502 nm hingga 522 nm dengan interval 1 nm. Pada pengukuran kedua ini, diperoleh nilai panjang gelombang maksimum yang baru yaitu 508 nm, dimana nilai absorbansi merupakan yang tertinggi.

Penggunaan panjang gelombang maksimum untuk pengukuran didasarkan pada nilai absorbansi maksimum, yang berarti juga panjang gelombang tersebut memiliki tingkat sensitivitas tertinggi terhadap kompleks. Ini akan membantu penentuan efek gangguan ion apabila terjadi perubahan konsentrasi dari larutan yang diuji. Selain itu, penggunaan nilai panjang gelombang maksimum diharapkan dapat mengurangi kesalahan pada pengukuran selanjutnya.

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2.



Gambar 4.1 – Grafik penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin;
rentang 480 ~ 550 nm

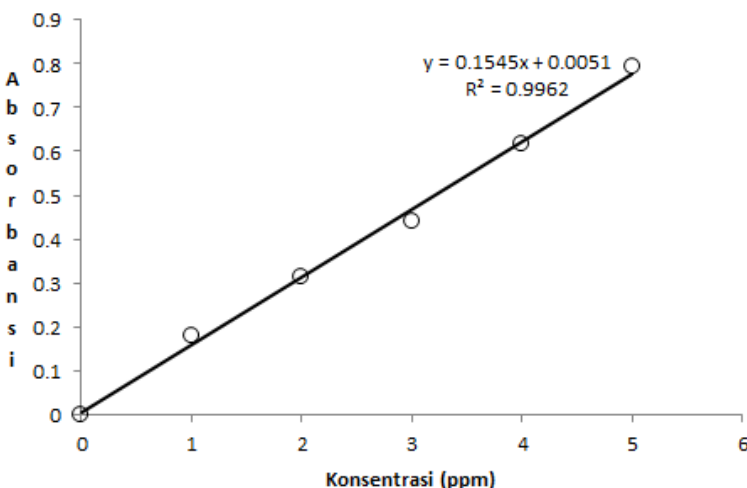


Gambar 4.2 – Grafik penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin, rentang 502 ~ 522 nm. Panjang gelombang maksimum ditandai dengan titik biru.

4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-fenantrolin

Penentuan kurva kalibrasi dilakukan pada pengukuran sebelumnya. Kurva kalibrasi ditentukan dengan pengukuran lima konsentrasi Fe^{2+} yang berbeda, yaitu 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Pengukuran pada spektrofotometer UV-Vis menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu 508 nm.

Nilai absorbansi yang diperoleh digunakan untuk membuat grafik dengan konsentrasi Fe^{2+} sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y. Hasil dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 – Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-fenantrolin

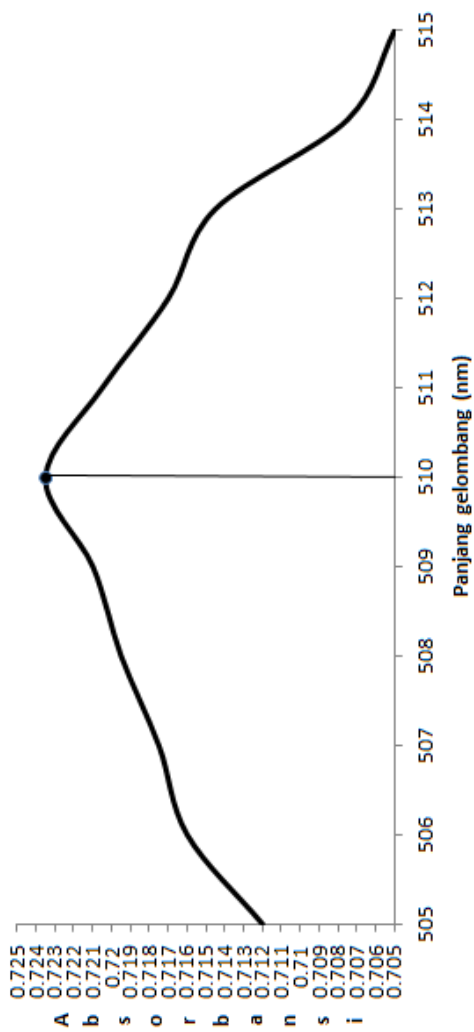
Dari grafik tersebut, dihasilkan persamaan garis linier $y = 0,1545x + 0,0051$, dengan nilai $R^2 = 0,9962$. Syarat kurva kalibrasi dinyatakan baik adalah nilai R^2 yang berada dalam rentang $0,9 \geq R^2 \leq 1$, artinya nilai konsentrasi-absorbansi membentuk satu garis yang linier.

4.3 Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Sb(III)-fenantrolin pada pH 4,5 dan Kurva Kalibrasinya

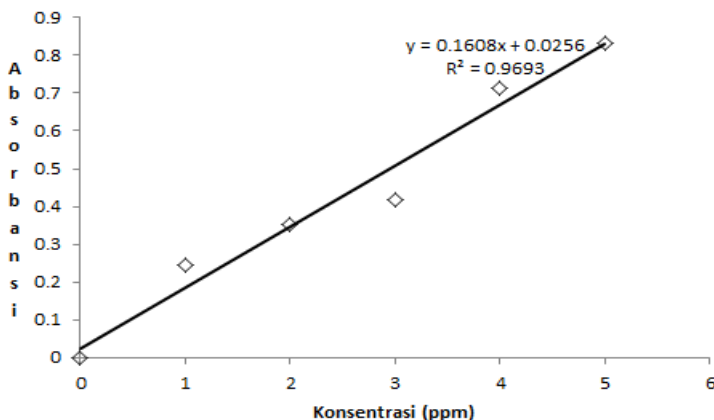
Penentuan panjang gelombang maksimum dari kompleks Sb(III)-fenantrolin dilakukan untuk mengetahui penyebab ion Sb^{3+} dapat mengganggu kompleks Fe(II)-fenantrolin. Metode penentuan panjang gelombang yang digunakan sama dengan metode untuk kompleks Fe(II)-fenantrolin.

Interval panjang gelombang untuk pengukuran pertama adalah 480 nm hingga 550 nm, dan diperoleh hasil berupa panjang gelombang maksimum pada nilai 510 nm. Dilakukan lagi pengukuran dengan rentang yang lebih sempit (505 ~ 515 nm), dan diperoleh bahwa panjang gelombang maksimum tetap pada nilai 510 nm, seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.4.

Kurva kalibrasi terhadap kompleks Sb(III)-fenantrolin diperoleh dengan metode yang sama dengan Fe(II)-fenantrolin, yaitu dengan mengukur lima sampel dengan lima konsentrasi berbeda dan satu blanko pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Diperoleh persamaan garis linier $y = 0,1608x + 0,0256$ dengan $R^2 = 0,9693$. Kurva kalibrasi Sb(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.4 – Grafik penentuan panjang gelombang maksimum Sb(III)-fenantrolin



Gambar 4.5 – Kurva kalibrasi kompleks Sb(III)-fenantrolin

Berdasarkan hal ini, dapat dikatakan ion Sb^{3+} dapat mengganggu analisa kompleks Fe(II)-fenantrolin karena Sb(III)-fenantrolin menghasilkan tingkat absorbansi tertinggi pada panjang gelombang maksimum 510 nm yang dekat dengan panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin, yaitu 508 nm. Hal ini memungkinkan terjadinya kompetisi antara ion Sb^{3+} dan ion Fe^{2+} terhadap agen pengompleks 1,10-fenantrolin.

4.4 Pengaruh Ion Sb^{3+} terhadap Kompleks Fe(II)-fenantrolin pada pH 4,5

Ion yang dipilih sebagai ion pengganggu merupakan ion yang memiliki kecenderungan untuk bereaksi dengan kompleks atau dengan reagen pengompleks 1,10-fenantrolin dan menghasilkan panjang gelombang maksimum di dekat panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin sehingga memicu terjadinya kompetisi pembentukan ion kompleks.

Antimon merupakan unsur yang termasuk anggota golongan VA, dan termasuk unsur metaloid, yaitu unsur yang memiliki sifat logam dan non-logam. Ion antimon dengan valensi tiga (Sb^{3+})

dipilih sebagai ion yang diperkirakan dapat mengganggu analisis besi dari kompleks Fe(II)-fenantrolin.

Konsentrasi ion Fe^{2+} yang digunakan adalah 2 ppm, sementara konsentrasi ion Sb^{3+} yang ditambahkan bervariasi dari 0.01 ppm hingga 0.06 ppm. Pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan panjang gelombang 508 nm yang telah ditentukan sebelumnya. Data hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Nilai absorbansi larutan setelah penambahan ion Sb^{3+}

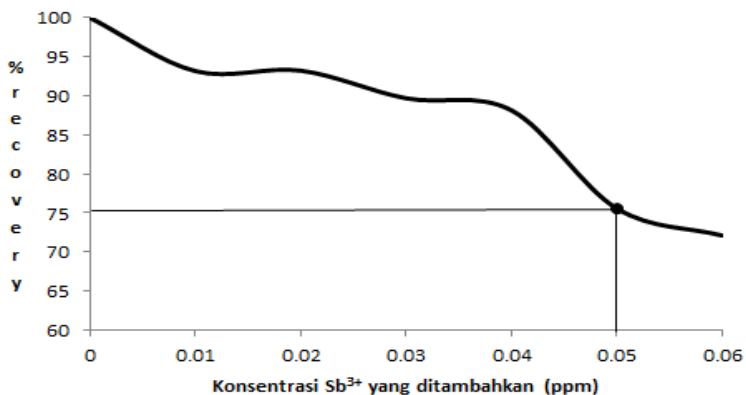
| $[\text{Sb}^{3+}]$ | A1 | A2 | A3 | A4 | $A^{\text{rata-rata}}$ |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|------------------------|
| 0 | 0.315 | 0.315 | 0.315 | 0.315 | 0.315 |
| 0.01 | 0.294 | 0.293 | 0.294 | 0.294 | 0.2938 |
| 0.02 | 0.297 | 0.295 | 0.29 | 0.294 | 0.294 |
| 0.03 | 0.285 | 0.281 | 0.284 | 0.282 | 0.283 |
| 0.04 | 0.279 | 0.278 | 0.277 | 0.279 | 0.2782 |
| 0.05 | 0.241 | 0.238 | 0.24 | 0.238 | 0.2392 |
| 0.06 | 0.227 | 0.23 | 0.229 | 0.228 | 0.2285 |

Dari data tersebut, dicari nilai persentase *recovery* dan konsentrasi ion Fe^{2+} terukur, dengan bantuan persamaan garis linier yang diperoleh pada kurva kalibrasi, yaitu $y = 0,1545x + 0,0051$. Nilai itu kemudian digunakan untuk mencari nilai standar deviasi relatif (RSD) dan koefisien variasi (CV). Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Hasil pada Tabel 4.2 dijadikan grafik antara persentase *recovery* sebagai sumbu y dan konsentrasi ion Sb^{3+} yang ditambahkan sebagai sumbu x. Grafik dapat dilihat pada Gambar 4.6.

Tabel 4.2 Data perhitungan nilai $[\text{Fe}^{2+}]$ terukur, % *recovery*, RSD, dan CV

| $[\text{Sb}^{3+}]$ (ppm) | A | $[\text{Fe}^{2+}]$ terukur (ppm) | %recovery | RSD | CV |
|--------------------------|--------|--|-----------|--------|--------|
| 0 | 0.315 | 2.0058 | 100 | 0 | 0 |
| 0.01 | 0.2938 | 1.8686 | 93.1591 | 0.1713 | 0.0017 |
| 0.02 | 0.294 | 1.8699 | 93.2236 | 1.0013 | 0.0100 |
| 0.03 | 0.283 | 1.7987 | 89.6741 | 0.6451 | 0.0065 |
| 0.04 | 0.2782 | 1.7676 | 88.1252 | 0.3448 | 0.0034 |
| 0.05 | 0.2392 | 1.5152 | 75.5405 | 0.6276 | 0.0063 |
| 0.06 | 0.2285 | 1.4460 | 72.0878 | 0.5650 | 0.0056 |



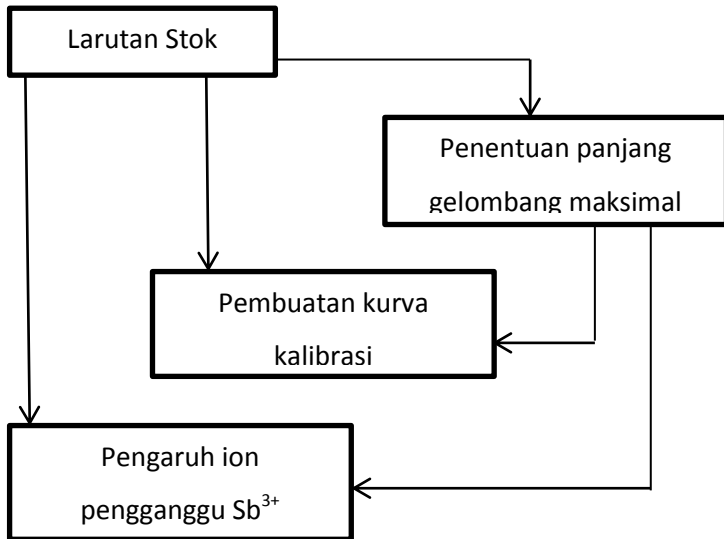
Gambar 4.6 – Grafik pengaruh penambahan ion Sb^{3+}

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa penambahan ion Sb^{3+} ke dalam kompleks Fe(II) -fenantrolin dapat menurunkan persentase *recovery* dari Fe^{2+} , dimana nilai dari persentase *recovery* yang baik berkisar antara 80 hingga 120% untuk analisis mineral. Terlihat pada penambahan ion Sb^{3+} dengan konsentrasi 0,05 ppm, diperoleh persentase *recovery* yang sebesar 75,54%, sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan ion Sb^{3+} sebesar 0,05 ppm mulai mengganggu analisa Fe^{2+} .

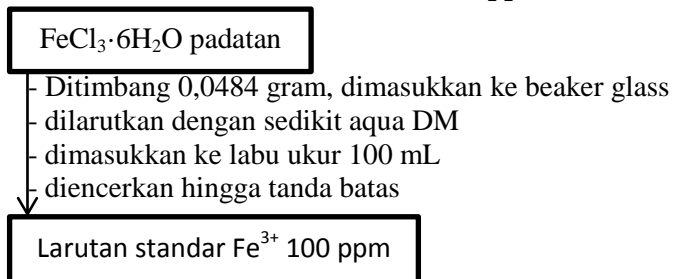
Halaman ini sengaja dikosongkan

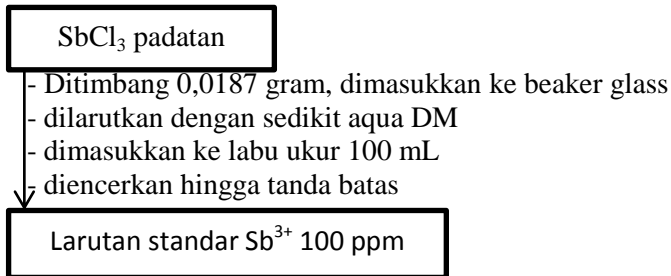
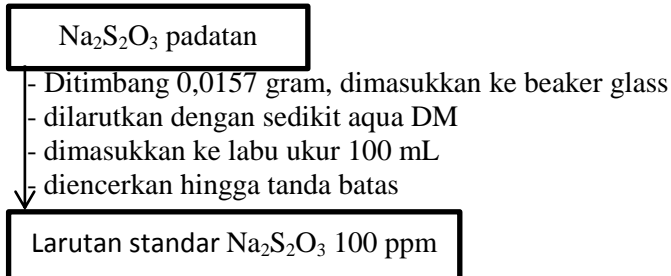
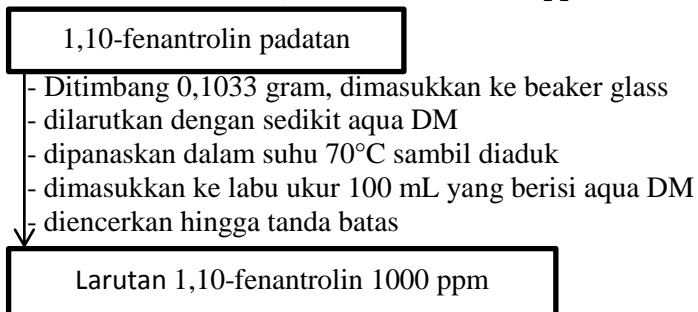
LAMPIRAN A SKEMA KERJA

A.1 Skema Kerja Umum

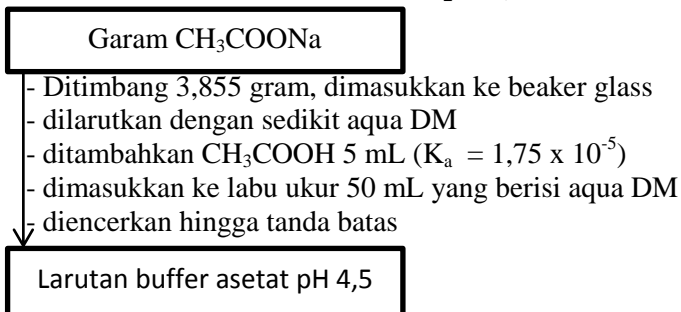


A.2 Pembuatan Larutan Standar Fe³⁺ 100 ppm

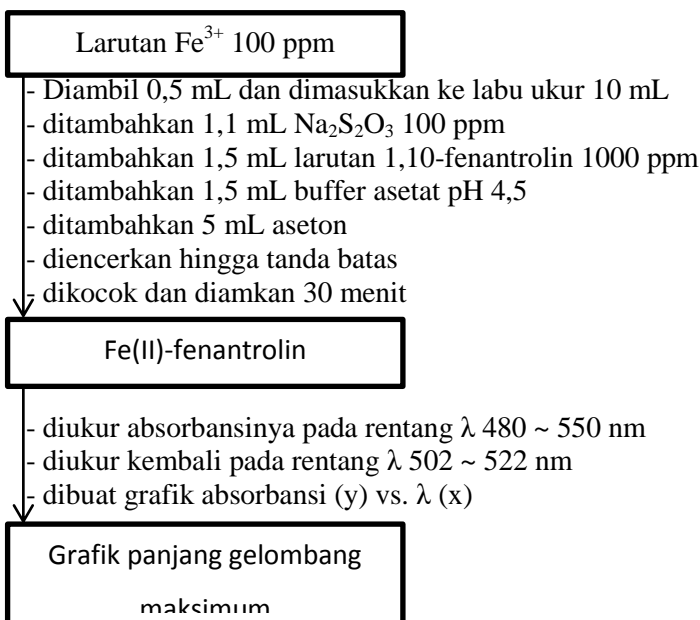


A.3 Pembuatan Larutan Standar Sb^{3+} 100 ppm**A.4 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm****A.5 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm**

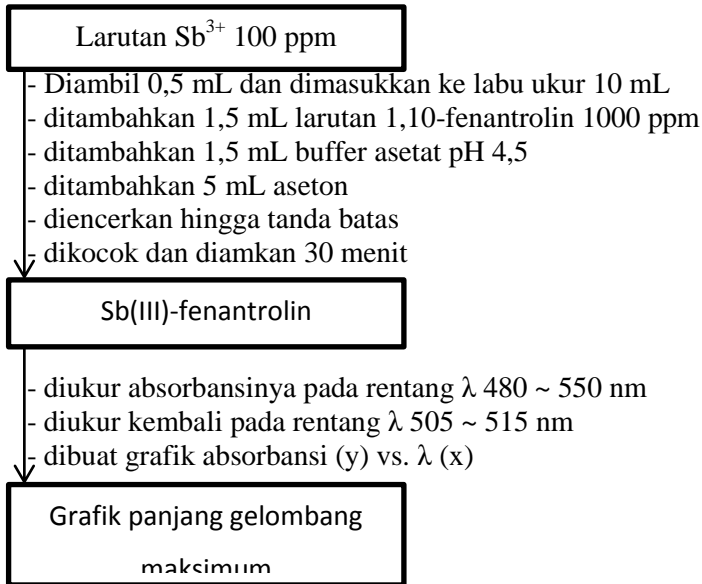
A.6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5



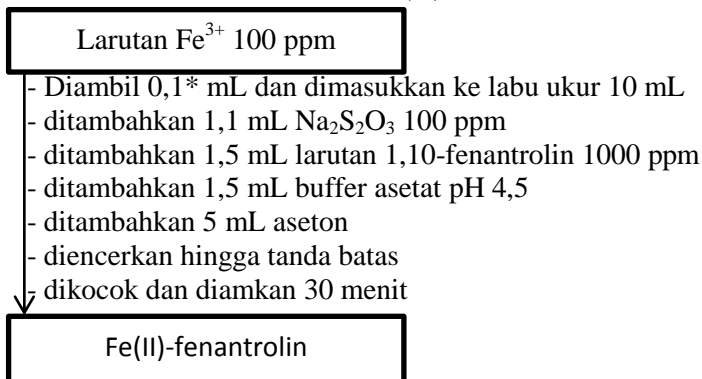
A.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-fenantrolin

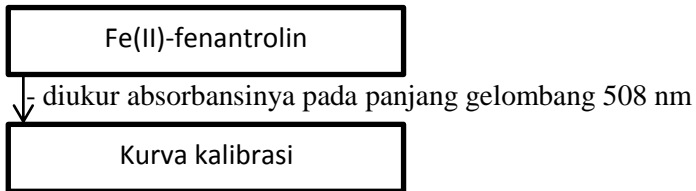


A.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Sb(III)-fenantrolin



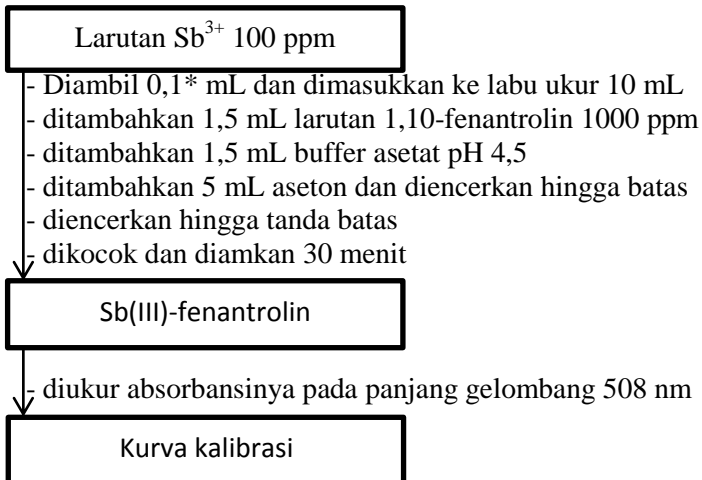
A.9 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-fenantrolin





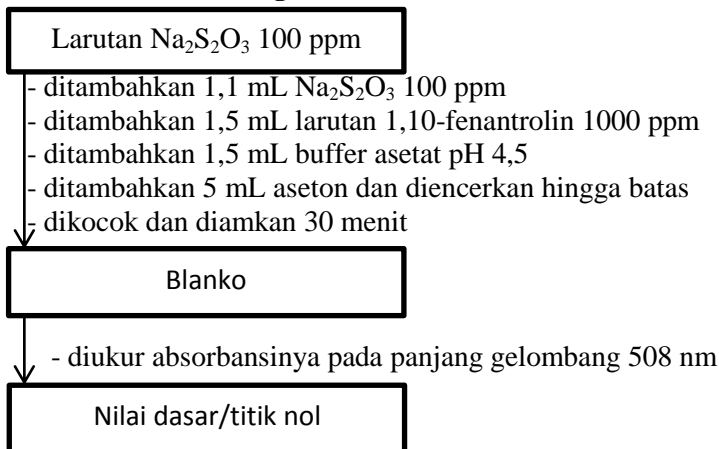
*volume Fe^{3+} yang digunakan adalah 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL

A.10 Pembuatan Kurva Kalibrasi Sb(III)-fenantrolin

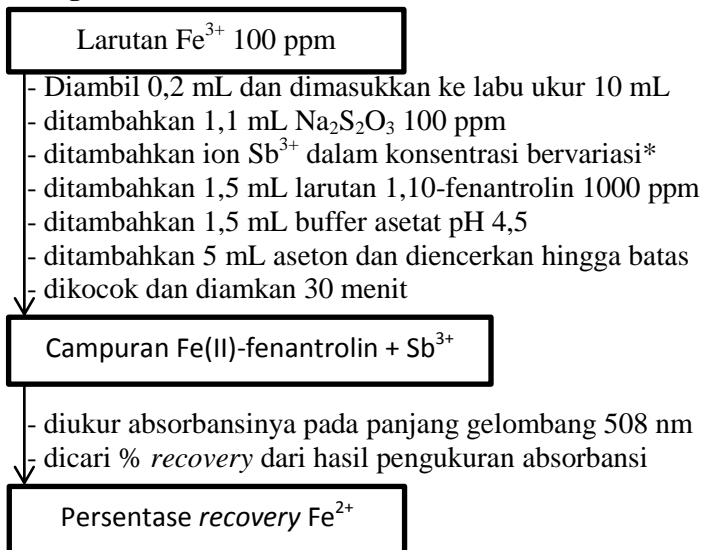


*volume Sb^{3+} yang digunakan adalah 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL

A.11 Pembuatan dan Pengukuran Blanko



A.12 Pengaruh Penambahan Ion Sb³⁺



*konsentrasi ion Sb³⁺ yang ditambahkan adalah 0,00 mL; 0,01 mL; 0,02 mL; 0,03 mL; 0,04 mL; 0,05 mL; dan 0,06 mL.

LAMPIRAN B

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

B.1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar Fe^{3+} 100 ppm.

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Massa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk mendapatkan larutan 100 ppm adalah:

$$\frac{Ar \text{ Fe}}{Mr \text{ FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{Massa \text{ Fe}}{Massa \text{ FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{55,845 \text{ gram}/\text{mol}}{270,3 \text{ gram}/\text{mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x}$$

$$x = 0,0484 \text{ gram}$$

B.2 Pembuatan Larutan Standar Sb^{3+} 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar Sb^{3+} 100 ppm.

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Massa SbCl_3 yang dibutuhkan adalah:

$$\frac{Ar \text{ Sb}}{Mr \text{ SbCl}_3} = \frac{Massa \text{ Sb}}{Massa \text{ SbCl}_3}$$

$$\frac{121,760 \text{ gram/mol}}{228,13 \text{ gram/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x}$$

$$x = 0,0187 \text{ gram}$$

B.3 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg/1000 mL} \\ &= 10 \text{ mg/100 mL} \end{aligned}$$

Massa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan adalah:

$$\frac{Mr \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{Mr \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{158,11 \text{ gram/mol}}{248,19 \text{ gram/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x}$$

$$x = 0,0157 \text{ gram}$$

B.4 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

$$\begin{aligned} 1000 \text{ ppm} &= 1000 \text{ mg/L} \\ &= 1000 \text{ mg/1000 mL} \\ &= 100 \text{ mg/100 mL} \end{aligned}$$

Jadi dibutuhkan 100 mg, atau 0,1 gram 1,10-fenantrolin padatan untuk membuat larutan stok 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

B.5 Pembuatan Larutan buffer asetat pH 4,5

Densitas CH_3COOH adalah 1,049 Kg/L

Dari densitas, akan dicari konsentrasi dari CH_3COOH yang dipakai:

$$[\text{CH}_3\text{COOH}] = \frac{\rho \text{ CH}_3\text{COOH}}{Mr \text{ CH}_3\text{COOH}}$$

$$[\text{CH}_3\text{COOH}] = \frac{1,049 \text{ Kg/L}}{60,05 \text{ gram/mol}}$$

$$[\text{CH}_3\text{COOH}] = 17,47 \text{ M}$$

Bila digunakan 5 mL CH_3COOH untuk membuat larutan buffer asetat 50 mL, maka konsentrasi CH_3COOH dalam larutan 50 mL adalah:

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$5 \text{ mL} \times 17 \text{ M} = 50 \text{ mL} \times x$$

$$x = 1,7 \text{ M}$$

Jumlah mol CH_3COOH dalam larutan 50 mL adalah:

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = [\text{CH}_3\text{COOH}] \times V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 1,7 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L}$$

$$\text{mol } CH_3COOH = 0,085 \text{ mol}$$

Jumlah mol CH_3COONa yang dibutuhkan untuk mendapatkan buffer asetat 4,5 adalah:

$$[H^+] = K_a CH_3COONa \times \left(\frac{\text{mol asam}}{\text{mol garam}} \right)$$

$$10^{-4,5} = 1,75 \times 10^{-5} \times \left(\frac{0,085 \text{ mol}}{x} \right)$$

$$\frac{10^{-4,5}}{1,75 \times 10^{-5}} = \frac{0,085 \text{ mol}}{x}$$

$$x = \frac{0,085 \text{ mol}}{1,807}$$

$$x = 0,047 \text{ mol}$$

Sehingga dapat diperoleh massa CH_3COONa yang dibutuhkan:

$$\text{massa } CH_3COONa = 0,047 \text{ mol} \times 82,03 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}$$

$$\text{massa } CH_3COONa = 3,855 \text{ gram}$$

LAMPIRAN C

DATA HASIL PENELITIAN

C.1 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Tabel C.1 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin, rentang 480 ~ 550 nm

| λ | A1 | A2 | A3 | A ^{rata-rata} |
|-----------|-------|-------|-------|------------------------|
| 480 | 0.632 | 0.632 | 0.632 | 0.632 |
| 485 | 0.65 | 0.65 | 0.65 | 0.65 |
| 490 | 0.658 | 0.658 | 0.658 | 0.658 |
| 495 | 0.669 | 0.669 | 0.669 | 0.669 |
| 500 | 0.681 | 0.681 | 0.681 | 0.681 |
| 505 | 0.697 | 0.697 | 0.697 | 0.697 |
| 510 | 0.705 | 0.705 | 0.705 | 0.705 |
| 515 | 0.694 | 0.694 | 0.694 | 0.694 |
| 520 | 0.663 | 0.663 | 0.663 | 0.663 |
| 525 | 0.601 | 0.601 | 0.601 | 0.601 |
| 530 | 0.542 | 0.542 | 0.542 | 0.542 |
| 535 | 0.461 | 0.461 | 0.461 | 0.461 |
| 540 | 0.372 | 0.372 | 0.372 | 0.372 |
| 545 | 0.269 | 0.269 | 0.269 | 0.269 |
| 550 | 0.214 | 0.214 | 0.214 | 0.214 |

Tabel C.2 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin, rentang
502 ~ 522 nm

| λ | A1 | A2 | A3 | A ^{rata-rata} |
|-----------|-------|-------|-------|------------------------|
| 502 | 0.685 | 0.685 | 0.685 | 0.685 |
| 503 | 0.689 | 0.689 | 0.689 | 0.689 |
| 504 | 0.693 | 0.693 | 0.693 | 0.693 |
| 505 | 0.697 | 0.697 | 0.697 | 0.697 |
| 506 | 0.702 | 0.702 | 0.702 | 0.702 |
| 507 | 0.706 | 0.706 | 0.706 | 0.706 |
| 508 | 0.707 | 0.707 | 0.707 | 0.707 |
| 509 | 0.706 | 0.706 | 0.706 | 0.706 |
| 510 | 0.705 | 0.705 | 0.705 | 0.705 |
| 511 | 0.704 | 0.704 | 0.704 | 0.704 |
| 512 | 0.702 | 0.702 | 0.702 | 0.702 |
| 513 | 0.699 | 0.699 | 0.699 | 0.699 |
| 514 | 0.696 | 0.696 | 0.696 | 0.696 |
| 515 | 0.694 | 0.694 | 0.694 | 0.694 |
| 516 | 0.69 | 0.69 | 0.69 | 0.69 |
| 517 | 0.684 | 0.684 | 0.684 | 0.684 |
| 518 | 0.679 | 0.679 | 0.679 | 0.679 |
| 519 | 0.672 | 0.672 | 0.672 | 0.672 |
| 520 | 0.663 | 0.663 | 0.663 | 0.663 |
| 521 | 0.658 | 0.658 | 0.658 | 0.658 |
| 522 | 0.647 | 0.647 | 0.647 | 0.647 |

Tabel C.3 Data absorbansi kompleks Sb(III)-fenantrolin, rentang 480 ~ 550 nm

| λ | A1 | A2 | A ^{rata-rata} |
|-----------|-------|-------|------------------------|
| 480 | 0.671 | 0.674 | 0.6725 |
| 485 | 0.68 | 0.679 | 0.6795 |
| 490 | 0.689 | 0.69 | 0.6895 |
| 495 | 0.695 | 0.697 | 0.696 |
| 500 | 0.708 | 0.706 | 0.707 |
| 505 | 0.713 | 0.711 | 0.712 |
| 510 | 0.723 | 0.724 | 0.7235 |
| 515 | 0.705 | 0.705 | 0.705 |
| 520 | 0.691 | 0.686 | 0.6885 |
| 525 | 0.665 | 0.66 | 0.6625 |
| 530 | 0.617 | 0.614 | 0.6155 |
| 535 | 0.574 | 0.579 | 0.5765 |
| 540 | 0.499 | 0.496 | 0.4975 |
| 545 | 0.447 | 0.441 | 0.444 |
| 550 | 0.396 | 0.393 | 0.3945 |

Tabel C.4 Data absorbansi kompleks Sb(III)-fenantrolin, rentang 505 ~ 515 nm

| λ | A1 | A2 | A ^{rata-rata} |
|-----------|-------|-------|------------------------|
| 505 | 0.713 | 0.711 | 0.712 |
| 506 | 0.716 | 0.716 | 0.716 |
| 507 | 0.718 | 0.717 | 0.7175 |
| 508 | 0.719 | 0.72 | 0.7195 |
| 509 | 0.721 | 0.721 | 0.721 |
| 510 | 0.723 | 0.724 | 0.7235 |
| 511 | 0.721 | 0.72 | 0.7205 |
| 512 | 0.718 | 0.716 | 0.717 |
| 513 | 0.714 | 0.715 | 0.7145 |
| 514 | 0.709 | 0.706 | 0.7075 |
| 515 | 0.705 | 0.705 | 0.705 |

C.2 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi

Tabel C.5 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin untuk kurva kalibrasi

| [Fe ³⁺] | A1 | A2 | A3 | A ^{rata-rata} |
|---------------------|-------|-------|-------|------------------------|
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1 | 0.181 | 0.181 | 0.182 | 0.181 |
| 2 | 0.315 | 0.314 | 0.316 | 0.315 |
| 3 | 0.441 | 0.441 | 0.441 | 0.441 |
| 4 | 0.617 | 0.617 | 0.618 | 0.617 |
| 5 | 0.795 | 0.795 | 0.795 | 0.795 |

Tabel C.6 Data absorbansi kompleks Sb(II)-fenantrolin untuk kurva kalibrasi

| [Sb ³⁺] | A1 | A2 | A3 | A ^{rata-rata} |
|---------------------|-------|-------|-------|------------------------|
| 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1 | 0.244 | 0.249 | 0.245 | 0.246 |
| 2 | 0.357 | 0.355 | 0.350 | 0.354 |
| 3 | 0.419 | 0.419 | 0.419 | 0.419 |
| 4 | 0.715 | 0.715 | 0.715 | 0.715 |
| 5 | 0.831 | 0.831 | 0.832 | 0.831 |

C.3 Data Absorbansi Pengaruh Penambahan Ion Sb³⁺

Tabel C.7 Data absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang ditambahkan ion Sb³⁺

| [Sb ³⁺] | A1 | A2 | A3 | A4 | A ^{rata-rata} |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|------------------------|
| 0 | 0.315 | 0.315 | 0.315 | 0.315 | 0.315 |
| 0.01 | 0.294 | 0.293 | 0.294 | 0.294 | 0.2938 |
| 0.02 | 0.297 | 0.295 | 0.29 | 0.294 | 0.294 |
| 0.03 | 0.285 | 0.281 | 0.284 | 0.282 | 0.283 |
| 0.04 | 0.279 | 0.278 | 0.277 | 0.279 | 0.2782 |
| 0.05 | 0.241 | 0.238 | 0.24 | 0.238 | 0.2392 |
| 0.06 | 0.227 | 0.23 | 0.229 | 0.228 | 0.2285 |

Halaman ini sengaja dikosongkan

LAMPIRAN D

PERHITUNGAN STATISTIKA

D.1 Perhitungan Konsentrasi Terukur dan Persentase *Recovery*

Dengan menggunakan persamaan garis pada kurva kalibrasi, maka dapat diperoleh nilai konsentrasi ion Fe^{2+} terukur ketika larutan kompleks Fe(II) -fenantrolin ditambahkan ion Sb^{3+} . Pada persamaan garis tersebut, nilai x adalah konsentrasi dan nilai y adalah absorbansi.

$$y = 0,1545x + 0,0051$$

$$x = \frac{y - 0,0051}{0,1545}$$

Dimisalkan y disubstitusi dengan salah satu nilai absorbansi, yaitu 0,294, maka konsentrasi Fe^{2+} terukur pada nilai absorbansi itu:

$$x = \frac{0,294 - 0,0051}{0,1545}$$

$$x = 1,8699$$

Nilai konsentrasi Fe^{2+} yang terukur tersebut digunakan untuk mencari nilai persentase *recovery* dari Fe^{2+} .

$$\% \text{ recovery} = \frac{[\text{Fe}^{2+}]_{\text{terukur}}}{[\text{Fe}^{2+}]_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{1,8699}{2,0058} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = 93,22\%$$

D.2 Perhitungan Nilai RSD dan CV

Perhitungan RSD dan CV melibatkan penghitungan nilai standar deviasi (s) dengan persamaan:

$$\text{Standar deviasi dari } n \text{ data} = s = \sqrt{\sum_i \frac{(x_i - \bar{x})^2}{(n - 1)}}$$

Sebagai contoh, diambil data absorbansi dari penambahan ion Sb^{3+} dengan konsentrasi 0,06 ppm, yaitu 0,227; 0,23; 0,229; dan 0,228 untuk empat kali percobaan. Diperoleh nilai rata-rata data 0,2285. Masing-masing data dikurangi dengan nilai rata-rata. Contoh, untuk data 0,227:

$$x_i - \bar{x}$$

$$0,227 - 0,2285 = -1,5 \times 10^{-3}$$

Nilai ini akan dibagi dengan (n - 1), dimana n adalah jumlah percobaan yang dilakukan untuk tiap sampel, yaitu empat kali.

$$\frac{(x_i - \bar{x})^2}{(n - 1)}$$

$$\frac{(-1,5 \times 10^{-3})^2}{4 - 1} = 7,5 \times 10^{-7}$$

Proses ini diulangi untuk setiap data yang ada, kemudian hasilnya dijumlahkan untuk dicari nilai (s).

Nilai (s) dari data penambahan 0,06 ppm ion Sb^{3+} , nilainya adalah:

$$s = \sqrt{1,6667 \times 10^{-6}} = 0,001291$$

Nilai yang diperoleh digunakan untuk perhitungan RSD dan CV.

$$CV = \frac{s}{\bar{x}}$$
$$CV = \frac{0,001291}{0,2285} = 0,0056$$

$$RSD = CV \times 100\%$$

$$RSD = 0,0056 \times 100\% = 0,56\%$$

Jadi nilai RSD dan CV untuk data penambahan 0,06 ppm ion Sb^{3+} adalah 0,56% dan 0,0056.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah analisis besi dengan menggunakan bantuan agen pengompleks 1,10-fenantrolin mempunyai absorbansi maksimum pada panjang gelombang 508 nm, dengan nilai absorbansi 0,707. Penentuan batas konsentrasi dari penambahan ion Sb^{3+} terhadap kompleks Fe(II)-fenantrolin dengan enam variasi konsentrasi ion Sb^{3+} memperoleh penurunan absorbansi dari Fe(II)-fenantrolin pada penambahan ion Sb^{3+} sebesar 0,05 ppm. Persentase *recovery* yang diperoleh pada penambahan ion Sb^{3+} 0,05 ppm adalah sebesar 75,54%.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan meliputi uji dengan logam-logam lain yang sekiranya dapat mengganggu analisis ion Fe^{2+} dengan pengompleks 1,10-fenantrolin, terutama logam-logam yang tergolong metaloid.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggraeny, D. 2005. Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 3,5 dan 8,0 dengan Pengompleks orto-Fenantrolin secara Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Anwar, A. P. 2009. Studi Gangguan Co pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Atkins, P. W., Overton, T. L., Rourke, J. P., Weller, M. T., Armstrong, F. A. 2010. *Shriver and Atkins' Inorganic Chemistry*, 5th Edition. New York: W. H. Freeman and Company.
- Atmajadiningrum, I. 2014. Pengaruh Penambahan Ion K⁺ dalam Analisis Besi(II) dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Basset, J., Denney, R. C., Jeffery, G. H., Mendham, J. 1991. *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic*. London: Longman Group UK Limited.
- Burger, K. 1973. *Organic Reagents in Metal Analysis*. Pergamon Press.
- Chambers, C. dan Holliday, A. K. 1975. *Modern Inorganic Chemistry: An Intermediate Text*. London: Butterworth & Co. (Publishers) Ltd.

- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*, 6th Edition. Diterjemahkan oleh Iis Sopyan. Jakarta: Erlangga.
- De, A. K. 2003. *A Textbook of Organic Chemistry; Ninth Edition*. New Delhi: New Age International (P) Ltd., Publishers.
- Dinararum, R. R. 2013. Studi Gangguan Krom(III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. United States of America: The McGraw Hill Companies, Inc.
- Mamantov, G. dan Marassi, R. 1987. *Molten Salt Chemistry: An Introduced and Selected Applications*. Dodrecht, Holland: D. Reidel Publishing Company.
- Miessler, G. L. dan Tarr, D. A. 2003. *Inorganic Chemistry*, 3rd Edition. Prentice Hall.
- Miller, J. N. dan Miller, J. C. 2005. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*, 5th Edition. Harlow, England: Pearson Education Limited.
- Pritasari, A. A. 2010. Studi Gangguan Mn pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 dan 8,0 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Sandell, E. B.. 1944. *Colorimetric Determination of Traces of Metals* in Clarke, Beverly L. et al. (ed). *Chemical Analysis: A Series of Monographs on Analytical*

Chemistry and its Applications. New York: Interscience Publishers, Inc.

Schilt, A. A. 1969. *Analytical Applications of 1,10-Phenanthroline and Related Compounds*. London: Pergamon Press.

U.S. Department of Health & Human Services. 1992. *Toxicological Profile for Antimony*. Disiapkan oleh Syracuse Research Corporation.

Zumdahl, S. S. 1997. *Chemistry*, 4th Edition. New York: Houghton Mifflin Company.

BIODATA PENULIS



Anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan A. A. Ngr. Gede dan I G. A. Putri Indrati ini lahir pada 29 Januari 1991 di Denpasar. Merupakan seorang alumnus dari TK Kartika Udayana dan SD Saraswati 2 Denpasar, yang melanjutkan pendidikannya di SMP Negeri 1 Denpasar dan SMA Negeri 1 Denpasar setelahnya. Mendaftarkan diri ke Jurusan Kimia di Institut Teknologi

Sepuluh Nopember melalui jalur PMDK pada tahun 2009. Tidak banyak mengikuti aktivitas atau kegiatan-kegiatan yang dilaksanakan di kampus namun cukup sering mengikuti beberapa kegiatan sosial yang dilaksanakan oleh Tim Pembina Kerohanian Hindu ITS. Studi untuk tugas akhir yang diambil berjudul “Pengaruh Penambahan Ion Sb^{3+} dalam Analisis Besi dengan Agen Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis”, yang dibimbing oleh Bapak Drs. R. Djarot Sugiarto K. S., MS. (djarot@chem.its.ac.id). Kritik dan saran ditujukan ke email flyingcolors1368@yahoo.com.